

- (12) OFFICIAL GAZETTE FOR UNEXAMINED PATENT APPLICATIONS (A)
 (11) Japanese Unexamined (Kokai) Patent Application No. Hei 11[1999]-52098
 (19) Japanese Patent Office (JP)
 (43) Publication Date: February 26, 1999
 (51) Int. Cl.⁵ Identification Nos.: FI:

G 21 K 5/00

5/04

H 01 J 33/04

G 21 K 5/00

5/04

H 01 J 33/04

W

E

Request for Examination: Not yet submitted
 Number of Claims: 2 OL
 (Total of 6 pages)

- (21) Application No.: Hei 9[1997]-214632
 (22) Application Date: August 8, 1997

- (71) Applicant: Mitsubishi Heavy Industries Corp. (000006208)
 5-1 Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo
- (72) Inventor: Yoji Nakano
 Mitsubishi Heavy Industries Corp., Hiroshima Research Center
 6-22 Kanonshin-machi 4-chome, Nishi-ku,
 Hiroshima-shi, Hiroshima-ken
- (72) Inventor: Toshiro Kobayashi
 same address
- (72) Inventor: Ikuo Wakamoto
 same address
- (72) Inventor: Susumu Urano
 same address
- (72) Inventor: Masaki Kawano
 same address
- (74) Agent: Hisao Okuyama, Patent Attorney (and 2 others)

(54) [Title of the Invention]

Window Foil for Electron Beam Irradiation Device and Electron Beam Irradiation Device

(57) [Abstract]

[Objective] To offer an electron beam irradiation device, provided with window foil that does not undergo degradation due to defects or abrasion.

[Means] A window foil for irradiation windows, which comprises aluminum alloy foil, a titanium film covering said aluminum alloy foil, and a hard coating covering said titanium film.

[Claims]

[Claim 1] A window foil used in irradiation windows for electron beam irradiation devices, which comprises aluminum alloy foil, a titanium film covering said aluminum alloy foil, and a hard coating covering said titanium film.

[Claim 2] An electron beam irradiation device, equipped with an electron beam generator that outputs thermal electrons emitted from a negative electrode in the form of an electron beam, and accelerates said electron beam, an irradiation window whereby a material to be treated is irradiated with said electron beam, and a window foil that outputs said electron beam and separates the vacuum atmosphere inside said electron beam generator from the irradiation atmosphere in said irradiation chamber, where said electron beam irradiation device is characterized in that said window foil comprises an aluminum alloy foil, a titanium film covering at least the surface of said aluminum alloy film on the side of said irradiation chamber, and a hard coating that covers said titanium film.

[Detailed description of the invention]

[0001]

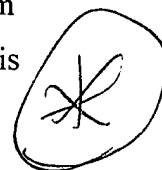
[Technological field of the invention] The present invention relates to an electron beam irradiation device used for surface treatment, and in particular, relates to window foil used in electron beam irradiation devices for curing or immediately drying ink, or for

sterilizing surfaces, and an electron beam irradiation device that employs said window foil.

[0002]

[Prior art] Surface treatments for sterilizing surfaces or curing and rapidly drying inks have been carried out in recent years using ultraviolet light or electron beams. However, methods that employ ultraviolet light require the addition of photopolymerization initiators, and in addition, ultraviolet light has weak transmissive power, which has lead to problems with insufficient treatment inside opaque materials such as colored dyes. It is for this reason that low-energy electron beams are primarily used in these types of surface treatments.

[0003] With conventional low-energy electron irradiation devices, thermal electrons that are emitted from a linear filament are generated as an electron beam, and this electron beam is then accelerated in an evacuated space inside an acceleration tube. The beam then passes into an irradiation chamber via an irradiation window, and impinges upon the material to be treated that is transported through the irradiation chamber. The intended treatment is thereby performed. The irradiation window has a window foil that separates the vacuum atmosphere in the acceleration tube from the irradiation atmosphere in the irradiation chamber. The material used for the window foil is a metal such as titanium foil having a thickness of 10-20 μm or aluminum foil having a thickness of 10 μm that has no pin holes and has mechanical strength that can sufficiently maintain the vacuum atmosphere in the acceleration tube. Titanium foil with a thickness of about 12.7 μm is most frequently used as window foil because it is easy to handle from a mechanical standpoint.



[0004] An example of the schematic structure of the electron beam irradiation device is presented in Figure 1. This electron beam irradiation device is a low-energy device, and is equipped with an electron beam generator **10**, irradiation window **20** and irradiation window **30**. The electron beam generator **10** has a terminal **12** for electron beam generation and an acceleration tube **14** that accelerates the electron beam generated by the terminal **12** through the evacuated space (acceleration zone). The interior of the electron beam generator **10** is maintained at a vacuum of 10^{-6} to 10^{-7} Torr by a diffusion pump not shown in the figures in order to avoid loss of energy due to collisions between the

electrons and air molecules. The terminal **12** has a linear filament **12a** that emits thermal electrons, a gun structure **12b** that supports the filament, and a grid **12c** that controls the thermal electrons emitted by the filament.

[0005] The irradiation window **20** includes [sic] an irradiation space **22** that allows the electron beam to irradiate the material to be treated. In this example, the irradiation space **22** on the inside of the irradiation chamber **20** is an air atmosphere. The material to be treated passes from the right to the left through the irradiation space **22** in Figure 1 by means of a transport means such as a conveyor not shown in the figure. The irradiation window **30** has a window foil **32** composed of metal foil, and a window frame structure **34** that supports the window foil **32** while also cooling it. The window foil **32** separates the vacuum atmosphere in the electron beam generator **10** from the air atmosphere in the irradiation space **22**, and in addition, allows emission of the electron beam into the irradiation chamber via the window foil **32**. It is preferable for the window foil **32** provided between the electron beam generator **10** and the irradiation chamber **20** to be a metal that has mechanical strength sufficient to allow maintenance of the vacuum atmosphere in the electron beam generator **10**, while also having sufficiently small specific gravity and sufficiently small thickness to facilitate passage of the electron beam.

[0006] With this type of low-energy electron beam generation device, the acceleration voltage of the electron beams is small, approximately 150 kV, and so most of the electron beam is absorbed by the window foil. Consequently, in order to reduce absorption by the window foil, it is desirable to use aluminum as the material for the window foil, because it has lower density than titanium. However, aluminum readily corrodes due to reactive gases such as ozone generated by the electron beam, and so the surface can be coated, for example, with titanium at a thickness of 0.2-1.0 μm , as with the electron beam irradiation device presented in Japanese Unexamined Patent Application No. Hei 7[1995]-20294.

[0007]

[Problems to be solved by the invention] However, foil windows produced by coating titanium at 0.2-1.0 μm onto the surface of aluminum foil, as described in Japanese Unexamined Patent Application No. Hei 7[1995]-20294, often incorporate defects into the titanium layer due to contact with the titanium coating film during handling. In addition, the window foil is held in a window frame structure of the type shown in Figure

1 during ordinary use. As a result, warping of the window foil occurs during evacuation of the interior of the device or release of the vacuum, which causes abrasion of the parts in contact with the window frame structure. Consequently, there have been problems with degradation in the defective or abraded regions, and so the present invention has the objective of offering an electron beam irradiation device having window foil that undergoes no degradation due to defects or abrasion.

[0008]

[Means for solving the problems] The present invention offers an irradiation window foil for electron beam irradiation devices, which comprises (an aluminum alloy foil, a titanium film covering said aluminum alloy foil, and a hard coating covering said titanium film). In addition, the present invention offers an electron beam irradiation device, equipped with an electron beam generator that outputs thermal electrons emitted from a negative electrode in the form of an electron beam, and accelerates said electron beam, an irradiation window whereby a material to be treated is irradiated with said electron beam, and a window foil that outputs said electron beam and separates the vacuum atmosphere inside said electron beam generator from the irradiation atmosphere in said irradiation chamber, where said electron beam irradiation device is characterized in that said window foil comprises an aluminum alloy foil, a titanium film covering at least the surface of said aluminum alloy film on the side of said irradiation chamber, and a hard coating that covers said titanium film. By means of the present invention, an electron beam irradiation device is offered, which is equipped with window foil that does not undergo degradation due to defects caused during handling or due to abrasion.

[0009]

[Mode of implementation of the invention] The constitution of the window foil in the electron beam irradiation device of the present invention comprises an aluminum alloy foil, a titanium film covering said aluminum alloy foil, and a hard coating covering said titanium film. It is preferable for the metal foil to be an aluminum alloy foil with a thickness of 5-20 μm , and for the surface of the irradiation chamber side of the aluminum alloy foil to be covered with titanium having a thickness of 0.03 μm or greater, with 0.05 μm or greater being preferred. It is also preferable for said titanium surface to be covered

with a hard coating having a thickness of 0.03 μm or greater, with 0.05 μm or greater being preferred.

[0010] The aluminum alloy foil preferably has a thickness of 5-20 μm . The thickness is 5 μm or greater because, at smaller thicknesses, it is difficult to produce a structure that will have no pinholes, as required for maintaining the vacuum. If the thickness is greater than 20 μm , the amount of electron beam energy absorbed by the window foil will increase, and the advantage of switching from a titanium foil to an aluminum alloy foil will be lost. Moreover, it is preferable for the thickness of the aluminum alloy foil to be 10-15 μm . Aluminum alloys that can be used include pure aluminum systems, Al-Cu systems, Al-Mn systems, Al-Si systems, Al-Mg systems, Al-Mg₂Si systems, Al-Zn systems and various other alloys. It is particularly desirable to use Al-Cu systems and Al-Mg systems due to their superior tensile strength.

[0011] In order to maintain high electron beam transmissivity and in order to prevent corrosion, it is necessary to apply titanium to the irradiation chamber side of the aluminum alloy foil. This titanium coating preferably has a thickness of 0.03 μm or greater in order to provide sufficient binding strength, with 0.05 μm or greater being preferred. A material composed of common pure titanium can be used for the titanium coating. In addition, it is necessary for the outermost surface of the titanium film to be covered with a hard coating in order to endow the outermost surface with abrasion resistance and sufficient hardness so as to prevent introduction of defects. The thickness of the hard coating is preferably 0.03 μm , with 0.05 μm or greater being preferred.

[0012] The total film thickness of the titanium layer and hard coating layer is preferably 0.1-1 μm . If the total film thickness of the titanium layer and hard coating layer is less than 0.1 μm , then the corrosion-resistance effects will be insufficient. If the thickness is greater than 1 μm , on the other hand, there is the possibility that the aluminum alloy film will curl excessively due to residual strain in the coating, leading to where the material is difficult to handle during attachment to the irradiation window. If the hard coating is applied directly to the aluminum foil, the binding force will be small, and the coating will readily peel. A preferred combination of respective film thicknesses for the titanium layer and hard coating layer is 0.03-1 μm for the titanium layer and 0.03-1 μm for the hard coating layer, with a preferred combination being 0.05-0.5 μm for the titanium layer

and 0.05-0.5 μm for the hard coating layer. Examples of substances that can be used for the hard coating material include TiN, TiC, TiCN, TiO_2 , Al_2O_3 , AlTiN, AlN, CrN, Cr_2O_3 , diamond, diamond-like carbon, SiO_2 , SiC, SiN, CBN and mixtures of these substances. Among these substances, titanium nitride (TiN) is preferred because it can be formed comparatively easily in the same process as titanium coating by means of vapor deposition, ion plating or reactive sputtering.

[0013] Vapor deposition of the titanium and the hard coating can be carried out by various methods, including vapor deposition, ion plating, sputtering and CVD. For example, Figure 2 presents a schematic diagram of a vacuum vapor deposition device that can be used in the manufacture of the window foil of the present invention. The evacuation vessel **41** having a diffusion pump **42** and rotary pump **43** is evacuated to an internal pressure of 10^{-5} Torr or below using the pumps **42** and **43**. A titanium evaporation crucible **44** containing titanium, a hollow cathode electron gun **45**, a shutter **46**, a vapor deposition roll **47**, a feed roll and winding roll **48**, and a quartz oscillator film-thickness gage **49** are arranged in the vacuum container **41**. In this device, the electron beam **50** from the electron gun **45** irradiates the titanium inside the titanium evaporation crucible **44** in an argon atmosphere at an evacuation level of about 1×10^{-4} Torr, and the heat of the electron beam thus heats and evaporates the titanium. The evaporated titanium is then partially ionized in the electron beam, and is accelerated due to the potential differential with respect to the vapor deposition roll, so that it is vapor deposited onto the aluminum alloy film base **51**. The vapor deposition film thickness can be determined by means of the film formation rate and the aluminum alloy foil base transport rate, and is measured by the quartz oscillator film-thickness gage **49**.

[0014] When titanium nitride is used as the hard coating, it can be formed in the same process as titanium coating. Specifically, nitrogen gas is introduced during titanium film formation, and titanium nitride is thus generated, so that a coating of this titanium nitride is formed on the surface of the titanium. At this time, the amount of introduced nitrogen gas can be gradually increased, so that a layer that varies continuously from titanium to titanium nitride can be formed starting from the surface of the aluminum alloy foil and extending to the surface on the side of the irradiation chamber. Moreover, a gradient

composition layer can also be formed between the titanium and titanium nitride, or the titanium and titanium nitride can be formed as two individual layers.

[0015]

[Working examples] Working examples are provided below in order to describe the present invention in additional detail, but these examples are not intended to limit the scope of the present invention. In the working examples, titanium nitride was used as the hard coating, but in addition to titanium nitride, it is of course possible to use a broad range of materials such as TiC, TiCN, TiO₂, Al₂O₃, AlTiN, AlN, CrN, Cr₂O₃, diamond, diamond-like carbon, SiO₂, SiC, SiN, CBN and mixtures thereof.

[0016] In Conventional Examples 1 and 2, the window film was composed of titanium foil having a thickness of 12.7 μm , and aluminum alloy foil having a thickness of 12.7 μm (alloy type: Al-Mg alloy 5052). In Conventional Examples 3-7, titanium was applied at thicknesses of 0.05 μm , 0.1 μm , 0.2 μm , 1 μm and 2 μm to the irradiation chamber side of an aluminum alloy foil having a thickness of 12.7 μm .

[0017] Coating of the titanium in Conventional Examples 3-7 was carried out by vacuum vapor deposition using the device of the type shown in Figure 2. With the window foils of Conventional Examples 1-7, investigations were carried out regarding electron beam transmissivity and the presence of corrosion after a 50 h irradiation test. The results are shown in Table 1.

[0018]

[Table 1]

	Window foil	Electron beam transmissivity	Corrosion after 50 h
Conventional Example 1	Titanium foil 12.7 μm^t	90%	None
Conventional Example 2	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t	94%	Extensive
Conventional Example 3	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium 0.05 μm^t	94%	Slight
Conventional Example 4	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium 0.1 μm^t	94%	Slight corrosion in some areas
Conventional Example 5	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium 0.2 μm^t	94%	None
Conventional Example 6	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium 1 μm^t	94%	Slight corrosion in some areas
Conventional Example 7	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium 2 μm^t	--	--

[0019] From Table 1, it is clear that the electron beam transmission amount increases when the window foil base material is changed from titanium foil to aluminum alloy foil,

allowing greater x-ray utilization. On the other hand, with the aluminum alloy foil, there were problems with corrosion due to ozone generated by the electron beam. With Conventional Examples 3-6 wherein a titanium film with a thickness of 0.05-1 μm was applied to the surface, corrosion was essentially eliminated, and good corrosion resistance was exhibited. In Conventional Examples 3-6, damage was observed in regions of the titanium films, which was conjectured to have resulted from handling during attachment of the material to the illumination window. Slight corrosion was observed in the damaged regions. It is thought that this damage was due to the insufficient hardness of the titanium film, and thus it was concluded that a thickness of 2 μm or below results in a film that is readily damaged. However, when a titanium film that is thicker than 1 μm is applied, the film becomes difficult to handle, as described in Japanese Unexamined Kokai Patent Application No. Hei 7[1995]-20294. In Conventional Example 7 wherein titanium was applied at a thickness of 2 μm , curling of the aluminum alloy foil was excessive due to residual strain in the titanium film, resulting in problems with handling, and the material could not be used.

[0020] The above results indicate that when aluminum alloy foil was used as window foil base material, and a titanium film was applied to its surface at a thickness of 0.05-1 μm , electron beam transmission increased and corrosion was inhibited. However, corrosion occurred in damaged regions with this type of titanium film coating. Consequently, titanium films were then applied to aluminum alloy films with thicknesses of 12.7 μm , where the titanium films were applied at 0.05 μm in Working Examples 1-3, 0.1 μm in Working Examples 4-5, 0.5 μm in Working Examples 6-8 and 1.0 μm in Working Examples 9-10. Moreover, the titanium films were also coated with titanium nitride film at a thickness of 0.05 μm in Working Examples 1, 6 and 9, 0.1 μm in Working Examples 4 and 10, 0.5 μm in Working Examples 2 and 7, and 1.0 μm in Working Examples 3, 5 and 8. The film formation method involved the use of the same vacuum vapor deposition method as in the conventional examples. After forming the titanium film at the prescribed thickness, the gas introduced into the hollow cathode electron gun was changed to nitrogen, so that the evaporated titanium would react with the nitrogen gas in the atmosphere, thus generating titanium nitride. By this means a titanium nitride coating was formed on the base material.

[0021] On the other hand, aluminum alloy foil with a thickness of 12.7 μm was coated with titanium nitride film at a thickness of 0.05 μm and 0.1 μm , thus producing Comparative Examples 1 and 2. The window foils of Conventional Example 2, Working Examples 1-10 and Comparative Examples 1-2 were evaluated in regard to electron beam transmission, the presence of corrosion after a 50 h irradiation test and the presence of surface damage. The results are shown in Table 2.

[0022]

[Table 2]

	Window foil	Electron beam transmissivity	Corrosion after 50 h	Surface damage
Conventional Example 2	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t	94%	Extensive	--
Working Example 1	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.05 μm^t + titanium nitride film 0.05 μm^t	94%	None	None
Working Example 2	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.05 μm^t + titanium nitride film 0.5 μm^t	94%	None	None
Working Example 3	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.05 μm^t + titanium nitride film 1.0 μm^t	94%	None	None
Working Example 4	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.1 μm^t + titanium nitride film 0.1 μm^t	94%	None	None
Working Example 5	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.1 μm^t + titanium nitride film 1.0 μm^t	94%	None	None
Working Example 6	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.5 μm^t + titanium nitride film 0.05 μm^t	94%	None	None
Working Example 7	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.5 μm^t + titanium nitride film 0.5 μm^t	94%	None	None
Working Example 8	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 0.5 μm^t + titanium nitride film 1.0 μm^t	93%	--	--
Working Example 9	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 1.0 μm^t + titanium nitride film 0.05 μm^t	94%	None	None
Working Example 10	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium film 1.0 μm^t + titanium nitride film 0.1 μm^t	94%	None	None
Comparative Example 1	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium nitride film 0.05 μm^t	94%	Extensive	None
Comparative Example 2	Aluminum alloy foil 12.7 μm^t + titanium nitride film 0.1 μm^t	94%	Extensive	None

[0023] The window foils of Conventional Example 2 and Comparative Examples 1-2 showed extensive corrosion. With Comparative Examples 1-2 where titanium nitride alone was coated onto the aluminum alloy foil, binding with the titanium nitride film was particularly inferior, leading to separation of the titanium nitride film and ingress of ozone at the interface, which resulted in corrosion in these areas. In Working Example 1-10, the titanium film was applied at a thickness of 0.05 μm or greater to the surface of the aluminum alloy films, and moreover, titanium nitride was applied to this surface at a thickness of 0.05 μm or greater. By this means, corrosion was prevented, while maintaining high electron beam transmissivity. In Working Examples 3, 5, 8 and 10 wherein the total thickness of the titanium film and titanium nitride film was greater than

1 μm , the aluminum alloy film curled, making it difficult to attach the material to the irradiation window. Thus, in consideration of the irradiation window attachment operation, it is preferable for the total thickness of the titanium film and titanium nitride film to be 0.1-1 μm , which is the range which the aluminum alloy foil does not curl.

[0024]

[Effect of the invention] As is clear from the description presented above, the present invention controls introduction of surface defects, and offers an electron beam irradiation device having window foil that does not easily corrode, by means of employing an aluminum alloy film as the metal foil, coating said aluminum alloy foil with titanium, and then coating said titanium layer with a hard coating. In addition, the electron beam irradiation device of the present invention provides good electron beam transmission, resulting in little loss of the electron beam, while also allowing the electron beam to be efficiently introduced into the irradiation chamber.

[Brief description of the figures]

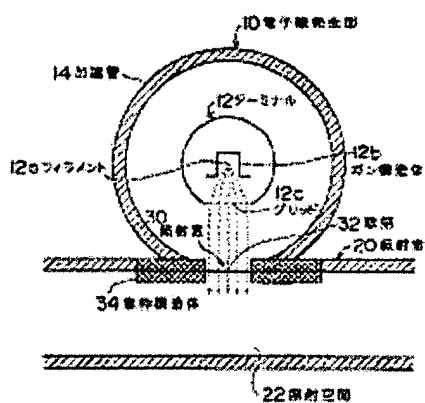
[Figure 1] Schematic diagram of an electron beam irradiation device used in the past.

[Figure 2] Model diagram of a device for vacuum vapor deposition that can be used in the manufacture of the window foil of the present invention.

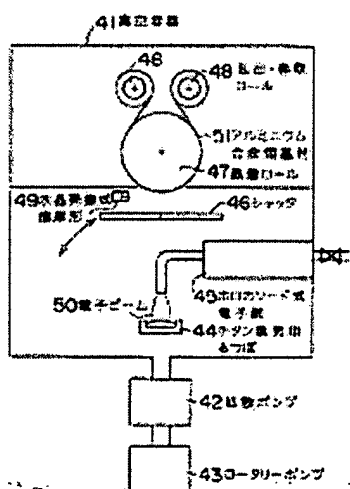
[Key]

- 10 Electron beam generator
- 12 Terminal
- 12a Filament
- 12b Gun structure body
- 12c Grid
- 14 Acceleration tube
- 20 Irradiation chamber
- 22 Irradiation space
- 30 Irradiation window
- 34 Window frame structure
- 41 Evacuation vessel
- 42 Diffusion pump
- 43 Rotary pump
- 44 Titanium evaporation crucible
- 45 Hollow cathode electron gun
- 46 Shutter
- 47 Vapor deposition roll
- 48 Feed/winding roll
- 49 Quartz oscillator film thickness gage
- 50 Electron beam

51 Aluminum alloy foil base



- | | |
|-----|-------------------------|
| 10 | Electron beam generator |
| 12 | Terminal |
| 12a | Filament |
| 12b | Gun structure body |
| 12c | Grid |
| 14 | Acceleration tube |
| 20 | Irradiation chamber |
| 22 | Irradiation space |
| 30 | Irradiation window |
| 32 | Window foil |
| 34 | Window frame structure |



- | | |
|----|-------------------------------|
| 41 | Evacuation vessel |
| 42 | Diffusion pump |
| 43 | Rotary pump |
| 44 | Titanium evaporation crucible |
| 45 | Hollow cathode electron gun |
| 46 | Shutter |

- 47 Vapor deposition roll
- 48 Feed/winding roll
- 49 Quartz oscillator film thickness gage
- 50 Electron beam
- 51 Aluminum alloy foil base

CLIPPEDIMAGE= JP411052098A

PAT-NO: JP411052098A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11052098 A

TITLE: ELECTRON BEAM IRRADIATOR AND WINDOW FOIL FOR IT

PUBN-DATE: February 26, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

NAKANO, YOJI

KOBAYASHI, TOSHIRO

WAKAMOTO, IKUO

URANO, SUSUMU

KOUNO, MASAKI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MITSUBISHI HEAVY IND LTD

N/A

APPL-NO: JP09214632

APPL-DATE: August 8, 1997

INT-CL (IPC): G21K005/00;G21K005/04 ;H01J033/04

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a corrosion-proof window foil by using an aluminum-alloy foil as a metal foil and using what is formed by further coating a titanium layer coating the alloy foil with a hard coating as a window foil.

SOLUTION: This device is equipped with an electron beam generating section 10 that extracts thermions emitted from a cathode as an electron beam and accelerates it, an irradiation chamber 20 where an object is irradiated with the electron beam and a window foil 32 that is used as a partition between a vacuum atmosphere in the electron beam generating section 10 and an irradiated atmosphere in the irradiation chamber 9 and extracts the electron beam. The window foil 32 is constituted by containing an aluminum-alloy foil, a titanium film for coating the surface of the aluminum-alloy foil on the side of the irradiation chamber and hard coatings for coating the titanium film. Consequently, the window foil 32 is obtained that has high electron beam transmissivity and is free from the occurrence of flaws in handling or the corrosion due to abrasion.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 11052098
PUBLICATION DATE : 26-02-99

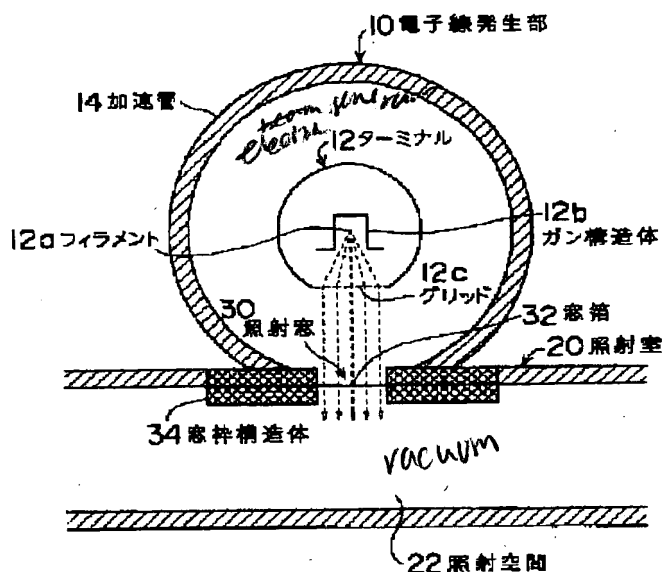
APPLICATION DATE : 08-08-97
APPLICATION NUMBER : 09214632

APPLICANT : MITSUBISHI HEAVY IND LTD;

INVENTOR : KOUNO MASAKI;

INT.CL. : G21K 5/00 G21K 5/04 H01J 33/04

TITLE : ELECTRON BEAM IRRADIATOR AND WINDOW FOIL FOR IT



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a corrosion-proof window foil by using an aluminum-alloy foil as a metal foil and using what is formed by further coating a titanium layer coating the alloy foil with a hard coating as a window foil.

SOLUTION: This device is equipped with an electron beam generating section 10 that extracts thermions emitted from a cathode as an electron beam and accelerates it, an irradiation chamber 20 where an object is irradiated with the electron beam and a window foil 32 that is used as a partition between a vacuum atmosphere in the electron beam generating section 10 and an irradiated atmosphere in the irradiation chamber 9 and extracts the electron beam. The window foil 32 is constituted by containing an aluminum-alloy foil, a titanium film for coating the surface of the aluminum-alloy foil on the side of the irradiation chamber and hard coatings for coating the titanium film. Consequently, the window foil 32 is obtained that has high electron beam transmissivity and is free from the occurrence of flaws in handling or the corrosion due to abrasion.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-52098

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月26日

(51) Int.Cl.⁹

識別記号

F I

G 2 1 K 5/00

G 2 1 K 5/00

W

5/04

5/04

E

H 0 1 J 33/04

H 0 1 J 33/04

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平9-214632

(22) 出願日

平成9年(1997) 8月8日

(71) 出願人 000006208

三菱重工業株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番1号

(72) 発明者 中野 要治

広島県広島市西区観音新町四丁目6番22号

三菱重工業株式会社広島研究所内

(72) 発明者 小林 敏郎

広島県広島市西区観音新町四丁目6番22号

三菱重工業株式会社広島研究所内

(72) 発明者 若元 郁夫

広島県広島市西区観音新町四丁目6番22号

三菱重工業株式会社広島研究所内

(74) 代理人 弁理士 奥山 尚男 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子線照射装置用窓箔及び電子線照射装置

(57) 【要約】

【課題】 傷入りや磨耗による腐食をおこさない窓箔を備えた電子線照射装置を提供する。

【解決手段】 アルミニウム合金箔と、該アルミニウム合金箔を被覆するチタン膜と、該チタン膜を被覆する硬質被膜とを含んでなる照射窓用窓箔を使用する。

Al w/ corrosion res

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルミニウム合金箔と、該アルミニウム合金箔を被覆するチタン膜と、該チタン膜を被覆する硬質被膜とを含んでなる、電子線照射装置における照射窓用窓箔。

【請求項2】 陰極から放出された熱電子を電子線として取り出し、該電子線を加速するための電子線発生部と、被処理物に該電子線を照射するための照射室と、該電子線発生部内の真空雰囲気と該照射室内の照射雰囲気とを仕切ると共に該電子線を取り出すための窓箔とを備える電子線照射装置であって、該窓箔がアルミニウム合金箔と、該アルミニウム合金箔の少なくとも該照射室側の表面を被覆するチタン膜と、該チタン膜を被覆する硬質被膜を含んでなることを特徴とする電子線照射装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、表面処理に利用される電子線照射装置、特にインクの硬化又は即時乾燥や表面殺菌に利用される電子線照射装置に使用される窓箔及び該窓箔を使用した電子線照射装置に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、インクの硬化や即時乾燥、表面殺菌などの表面処理は、紫外線や電子線を用いて行われている。しかし、紫外線を用いる方法では、光重合開始剤を添加する必要がある、また、紫外線は透過力が弱いので、例えば着色塗料等、不透明な材料の内部までは処理することができないという問題がある。このため、かかる表面処理には、主に低エネルギー電子線が利用されている。

【0003】従来の低エネルギータイプの電子線照射装置では、線状のフィラメントから放出された熱電子を電子線として取り出し、この電子線を加速管内の真空空間で加速した後、照射窓を介して照射室内に取り出す。そして、照射室内を搬送される被処理物に照射することにより、目的の処理を行う。照射窓は、加速管内の真空雰囲気と照射室内の照射雰囲気とを仕切る窓箔を有する。窓箔には、ピンホールがなく、しかも加速管内の真空雰囲気を十分維持できる機械的強度を有する金属、例えば10～20μm厚のチタン箔や、10μm厚のアルミニウム箔が用いられる。通常は窓箔として、機械的な取り扱いやすさから、厚さ約12.7μmのチタン箔が最もよく使用されている。

【0004】図1に、電子線照射装置の一例の概略構成を示す。この電子線照射装置は、低エネルギータイプのもので、電子線発生部10と照射室20と照射窓30とを備えるものである。電子線発生部10は、電子線を発生するターミナル12とターミナル12で発生した電子線を真空空間（加速空間）で加速する加速管14とを有するものである。また、電子線発生部10の内部は、電子が気体分子と衝突してエネルギーを失うことを防ぐた

め、図示省略した拡散ポンプ等により、 10^{-6} ～ 10^{-7} Torrの真空中に保たれている。ターミナル12は、熱電子を放出する線状のフィラメント12aと、フィラメントを支えるガン構造体12bと、フィラメントで発生した熱電子をコントロールするグリッド12cとを有する。

【0005】照射室20は、被処理物に電子線を照射する照射空間22を含むものである。この例では、照射室20の内部である照射空間22は空気雰囲気としてい。また、被処理物は、照射空間22を図示省略したコンベア等の搬送手段により、図1の右側から左側へ移動する。照射窓30は、金属箔からなる窓箔32と窓箔32を冷却すると共に窓箔を支持する窓枠構造体34とを有するものである。窓箔32は、電子線発生部10内の真空雰囲気と照射空間22内の空気雰囲気を仕切るものであり、また、窓箔32を介して照射室に電子線を取り出すものである。電子線発生部10と照射室20との境界に設ける窓箔32にはピンホールがなく、電子線発生部10内の真空雰囲気を十分維持できる機械的強度があり、しかも、電子線が透過しやすいように比重が小さく肉厚の薄い金属が望ましい。

【0006】このような低エネルギータイプの電子線照射装置では、電子線の加速電圧が約150kVと小さく、窓箔に大部分の電子線が吸収されるので、窓箔の吸収を小さくするため、窓箔の材質としてはチタンよりも密度の小さいアルミニウムが適している。ただし、アルミニウムは、電子線により発生するオゾン等の反応性ガスで腐食しやすいので、例えば、特開平7-20294号公報に示された電子線照射装置のように、表面を0.2～1.0μmのチタンで被覆したものも使用されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかし、前記特開平7-20294号公報に記載のアルミニウム箔表面にチタンを0.2～1.0μm被覆した窓箔は、取扱中にチタン被膜側が何かに接触することによりチタン層に傷が入ることも多い。また、通常的使用中でも、窓箔は、図1に示す窓枠構造体に支えられており、装置内の真空引きあるいは大気開放のときに窓箔にたわみが生じ、窓枠構造体との接触部が磨耗等を起こす。その結果、その傷入り部及び磨耗部が腐食するという問題点があった。したがって、本発明は、傷入りや磨耗による腐食をおこさない窓箔を備えた電子線照射装置を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、アルミニウム合金箔と、該アルミニウム合金箔を被覆するチタン膜と、該チタン膜を被覆する硬質被膜とを含んでなる、電子線照射装置における照射窓用窓箔を提供するものである。また、本発明は、陰極から放出された熱電子を電子

線として取り出し、該電子線を加速するための電子線発生部と、被処理物に該電子線を照射するための照射室と、該電子線発生部内の真空雰囲気と該照射室内の照射雰囲気とを仕切ると共に該電子線を取り出すための窓箱とを備える電子線照射装置であって、該窓箱がアルミニウム合金箔と、該アルミニウム合金箔の少なくとも該照射室側の表面を被覆するチタン膜と、該チタン膜を被覆する硬質被膜を含んでなることを特徴とする電子線照射装置を提供するものである。本発明によって、電子線透過率が高く、取り扱い時の傷入りや磨耗になどによる腐食が起らない窓箱を備えた電子線照射装置が得られる。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明の電子線照射装置における窓箱の構成は、アルミニウム合金箔と、該アルミニウム合金箔を被覆するチタン膜と、該チタン膜を被覆する硬質被膜とを含んでなる。好ましくは、金属箔として厚さ5~20 μ mのアルミニウム合金箔を用い、アルミニウム合金箔の照射室側の表面を0.03 μ m以上、より好ましくは0.05 μ m以上のチタンで被覆し、該チタンの表面をさらに0.03 μ m以上、より好ましくは0.05 μ m以上の硬質被膜で被覆する。

【0010】アルミニウム合金箔は、5~20 μ mの厚さが好ましい。厚さ5 μ m以上とするのは、それ以下の厚さでは真空維持に必要なピンホールのないものを製造することが困難なためであり、20 μ mより厚い場合は窓箱による電子線エネルギー吸収量が大きくなってしまい、チタンからアルミニウム合金箔に変更した利点がなくなるためである。さらに好ましいアルミニウム合金箔の厚さは、10~15 μ mである。ここで、使用できるアルミニウム合金としては、純アルミニウム系、Al-Cu系、Al-Mn系、Al-Si系、Al-Mg系、Al-Mg₂Si系、Al-Zn系などの種々の合金が挙げられる。特に、Al-Cu系、Al-Mg系が優れた引張り強さを有する点から好ましい。

【0011】高い電子線透過率を維持し、かつ、腐食を防ぐために、アルミニウム合金箔の照射室側にチタンを被覆することが必要である。このチタン被膜は、十分な密着力を得るため、厚さ0.03 μ m以上が好ましく、より好ましくは、0.05 μ m以上である。チタン被膜は、通常純粋なチタンからなるものを使用できる。さらに、最表面が傷入りしにくい十分な硬度、耐磨耗性を最も外側の表面にもたせるためには、このチタン膜の表面に硬質被膜を被覆することが必要である。この硬質被膜は、厚さ0.03 μ mが好ましく、より好ましくは0.05 μ m以上である。

【0012】チタン層と硬質被膜層の合計の膜厚は、0.1~1 μ mが好ましい。チタン層と硬質被膜層との合計の膜厚は、0.1 μ m以下ではその防食効果が不十分であり、1 μ m以上では被膜の残留応力により、アル

ミニウム合金箔が著しくカールするおそれがあり、照射窓に取り付ける際の取り扱いが困難になる場合がある。アルミニウム合金箔に直接硬質被膜を被覆すると、その密着力が小さく、剥離しやすいので好ましくない。チタン層と硬質被膜層のそれぞれの膜厚の好ましい組合せは、0.03~1 μ mのチタン層と0.03~1 μ mの硬質被膜層の組合せである。より好ましい組合せは、0.05~0.5 μ mのチタン層と0.05~0.5 μ mの硬質被膜層の組合せである。硬質被膜の材質としては、TiN、TiC、TiCN、TiO₂、Al₂O₃、AlTiN、AlN、CrN、Cr₂O₃、ダイヤモンド、ダイヤモンドライクカーボン、SiO₂、SiC、SiN、CBN及びこれらの混合物などを使用することができる。このうち、チタンのコーティングと同一プロセスにでき、蒸着法、イオンプレーティング法、あるいは反応性スパッタリング法で比較的簡単に成膜できることから、窒化チタン(TiN)が好ましい。

【0013】チタン及び硬質被膜の蒸着は、真空蒸着法、イオンプレーティング法、スパッタリング法、CVD法など各種の方法により行うことができ、特に限定されない。例として、図2に、本発明の窓箱を製造するのに利用することのできる真空蒸着法用の装置の模式図を示す。拡散ポンプ42と、ロータリーポンプ43の備わった真空容器41は、これらポンプ42、43により内部を10⁻⁵Torr以下の真空にすることができる。真空容器41の中には、チタンを内部に含むチタン蒸発用つぼ44、ホロカソード式電子銃45、シャット46、蒸着ロール47、2本の払出・巻取ロール48、水晶共振式膜厚計49が配置されている。本装置は、真空度約1×10⁻⁴Torrのアルゴン雰囲気中で電子銃45から電子ビーム50をチタン蒸発用つぼ44の中のチタンに照射し、電子ビームの熱でチタンを加熱蒸発させるものである。蒸発したチタンは、電子ビーム中で一部イオン化され、蒸着ロールとの電位差により加速されてアルミニウム合金箔基材51に蒸着される。蒸着膜厚は、水晶共振式膜厚計49で計測される成膜速度とアルミニウム合金箔基材搬送速度より、決定することができる。

【0014】硬質被膜として窒化チタンを用いる場合は、チタンのコーティングと同一プロセスによって行うことができる。即ち、チタン成膜途中で窒素ガスを導入し、窒化チタンを生成させ、この窒化チタンの被膜をチタン膜の表面に形成する。この際、窒素ガス導入量を徐々に増加させてアルミニウム合金箔表面から照射室側表面にかけて、チタンから窒化チタンに連続的に変化した層を形成してもよい。また、チタンと窒化チタンの傾斜組成層としてもよいし、チタンと窒化チタンの独立した二層を形成してもよい。

【0015】

【実施例】以下に実施例を挙げて、本発明をさらに詳細

に説明するが、これらにより本発明を制限することを意図したものではない。なお、実施例では硬質被膜に窒化チタンを使用した。窒化チタン以外にTiC、TiCN、TiO₂、Al₂O₃、AlTiN、AlN、CrN、Cr₂O₃、ダイヤモンド、ダイヤモンドライクカーボン、SiO₂、SiC、SiN、CBN及びこれらの混合物などを広く使用できるのはいうまでもない。

【0016】従来例1、2として、窓箔としてそれぞれ厚さ12.7 μ mのチタン箔、厚さ12.7 μ mのアルミニウム合金箔（合金の種類：Al-Mg系合金505*10

*2)を用いた。従来例3~7として、厚さ12.7 μ mのアルミニウム合金箔の照射室側の表面にチタンをそれぞれ0.05 μ m、0.1 μ m、0.2 μ m、1 μ m、2 μ mの厚さに被覆したものをを用いた。

【0017】従来例3~7におけるチタンの被覆は、図2に示すような装置を用いて真空蒸着法により行った。従来例1~7の窓箔について、電子線透過率、50時間照射テスト後の腐食の有無を調べた結果を表1に示す。

【0018】

【表1】

	窓箔	電子線透過率	50時間後の腐食
従来例1	チタン箔12.7 μ m ^t	90%	無
従来例2	アルミニウム合金箔12.7 μ m ^t	94%	多い
従来例3	アルミニウム合金箔12.7 μ m ^t +チタン0.05 μ m ^t	94%	少ない
従来例4	アルミニウム合金箔12.7 μ m ^t +チタン0.1 μ m ^t	94%	一部少々有り
従来例5	アルミニウム合金箔12.7 μ m ^t +チタン0.2 μ m ^t	94%	無し
従来例6	アルミニウム合金箔12.7 μ m ^t +チタン1 μ m ^t	94%	一部少々有り
従来例7	アルミニウム合金箔12.7 μ m ^t +チタン2 μ m ^t	—	—

【0019】表1から、窓箔母材をチタン箔からアルミニウム合金箔に変更することにより電子線透過量が増し、よりX線の有効利用が可能となることがわかる。一方、アルミニウム合金箔では、電子線により発生するオゾンによる腐食という問題があるが、表面にチタン膜を0.05~1 μ mの厚さに被覆した従来例3~6では、基本的には腐食が無く、耐食性を示した。従来例3~6については、照射窓への取り付け時などの取り扱いにより発生したと推定される傷が一部のチタンにみられ、傷の部分では若干の腐食が見られた。その原因としては、チタン膜に硬さが不足していることによると推定され、2 μ m以下の厚さでは膜に傷が入りやすいことが原因と考えられる。しかし、1 μ mより厚いチタンを被覆すると、特開平7-20294号公報にも記載があるように箔の取り扱いが容易でなくなる。2 μ mのチタンを被覆した従来例7では、チタン膜の残留応力によりアルミニウム合金箔のカールが著しく、取り扱いが困難となり、使用できなかった。

【0020】以上から、アルミニウム合金箔を窓箔母材として用い、その表面にチタン膜を0.05~1 μ mの厚さで被覆すると、電子線透過量が増し、かつ、腐食を防げることがわかった。しかし、このようなチタン膜の

※被膜のみでは、傷が生じるとそこから腐食する。そこで、12.7 μ mの厚さのアルミニウム合金箔に、それぞれ、実施例1~3では0.05 μ m、実施例4~5では0.1 μ m、実施例6~8では0.5 μ m、実施例9~10では1.0 μ mの厚さのチタン膜で被覆を施し、さらに、そのチタン膜を、実施例1、6、9では0.05 μ m、実施例4、10では0.1 μ m、実施例2、7では0.5 μ m、実施例3、5、8では1.0 μ mの厚さの窒化チタン膜によりさらに被覆した。成膜方法は、従来例と同様の真空蒸着法を用いた。チタン膜を所定の厚さに成膜した後、ホロカソード電子銃への導入ガスを窒素に変えると、蒸発したチタンと雰囲気中の窒素ガスが反応して、窒化チタンが生成する。これにより、基材の上に窒化チタンの被膜が形成される。

【0021】なお、12.7 μ mの厚さのアルミニウム合金箔を、0.05 μ m、0.1 μ mの厚さの窒化チタン膜でそれぞれ被覆したものを比較例1~2とした。従来例2、実施例1~10及び比較例1~2の窓箔について、電子線透過率、50時間後の腐食の有無、表面の傷の有無を調べた結果を表2に示す。

【0022】

【表2】

	窓箔	電子線透過率	50時間後の腐食	表面の傷
従来例2	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$	94%	多い	—
実施例1	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.05\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.05\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例2	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.05\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.5\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例3	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.05\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $1.0\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例4	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.1\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.1\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例5	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.1\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $1.0\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例6	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.5\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.05\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例7	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.5\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.5\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例8	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $0.5\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $1.0\mu\text{m}^t$	93%	—	—
実施例9	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $1.0\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.05\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
実施例10	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +チタン膜 $1.0\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.1\mu\text{m}^t$	94%	無し	無し
比較例1	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.05\mu\text{m}^t$	94%	多い	無し
比較例2	アルミニウム合金箔 $12.7\mu\text{m}^t$ +窒化チタン膜 $0.1\mu\text{m}^t$	94%	多い	無し

【0023】従来例2及び比較例1～2の窓箔は腐食が多く、特に、アルミニウム合金箔に窒化チタンのみを被覆した比較例1～2は、窒化チタン膜の密着性が乏しいため、窒化チタン膜が剥離し、オゾンが界面に入り込み、その部分に腐食が起こった。実施例1～10では、アルミニウム合金箔の表面を厚さ $0.05\mu\text{m}$ 以上のチタン膜で被覆し、さらにその表面を厚さ $0.05\mu\text{m}$ 以上の窒化チタン膜を被覆することによって、高い電子線透過率を維持した状態で、腐食を防ぐことができた。チタン膜の厚さと窒化チタン膜の厚さの合計が $1\mu\text{m}$ より大きくなる実施例3、5、8、10では、アルミニウム合金箔がカールし、照射窓への取り付け操作が困難になった。よって、照射窓への取り付け操作を考慮すると、チタン膜の厚さと窒化チタン膜の厚さの合計は、アルミニウム合金箔がカールしない範囲である $0.1\sim 1\mu\text{m}$ がより好ましいことがわかった。

【0024】

【発明の効果】上記したところから明らかなように、本発明によれば、金属箔としてアルミニウム合金箔を用い、該アルミニウム合金箔をチタンで被覆し、さらに、該チタン層を硬質被膜で被覆したものを窓箔として用いることにより、表面が傷入りしにくいため、腐食しにくい窓箔を有する電子線照射装置を得ることができる。また、本発明の電子線照射装置は、電子線透過量が高いため、電子線のロスが無く、電子線を効率よく照射室内に取り出すことができる。

【図面の簡単な説明】

*

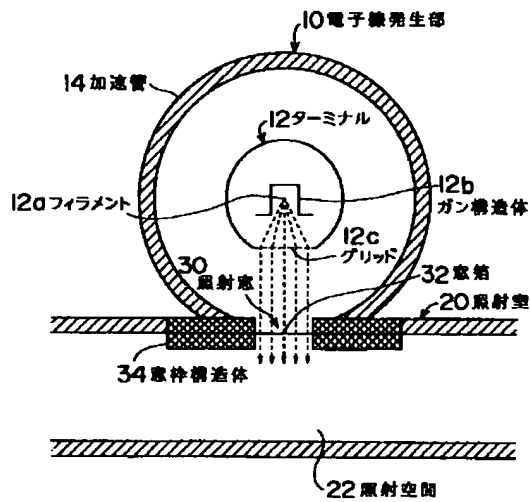
*【図1】従来より用いられている電子線照射装置の概略図。

【図2】本発明の窓箔を製造するのに利用することのできる真空蒸着法用の装置の模式図。

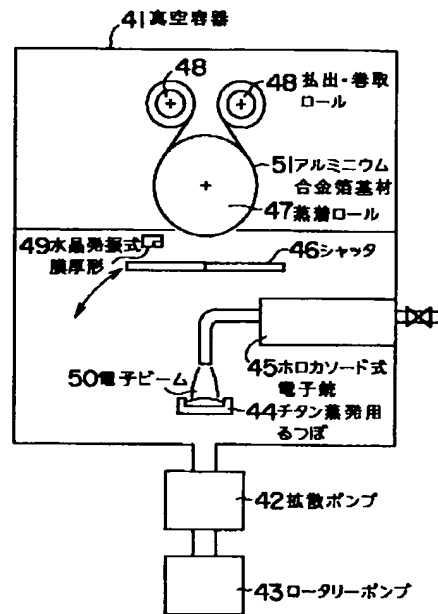
【符号の説明】

- 10 電子線発生部
- 12 ターミナル
- 12a フィラメント
- 12b ガン構造体
- 12c グリッド
- 14 加速管
- 20 照射室
- 22 照射空間
- 30 照射窓
- 34 窓枠構造体
- 41 真空容器
- 42 拡散ポンプ
- 43 ロータリーポンプ
- 44 チタン蒸発用つば
- 45 ホロカソード式電子銃
- 46 シャッター
- 47 蒸着ロール
- 48 払出・巻取ロール
- 49 水晶発振式膜厚計
- 50 電子ビーム
- 51 アルミニウム合金箔基材

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 浦野 晋

広島県広島市西区観音新町四丁目6番22号
三菱重工業株式会社広島研究所内

(72)発明者 河野 将樹

広島県広島市西区観音新町四丁目6番22号
三菱重工業株式会社広島研究所内